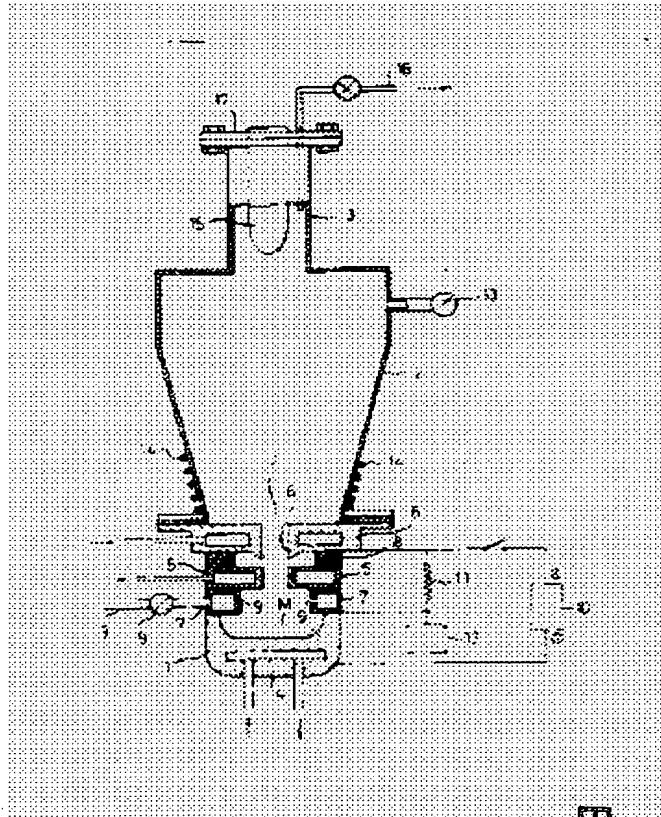


PRODUCTION OF ULTRA-FINE POWDER AND PARTICLE UTILIZING ARC PLASMA SPUTTERING AND ITS DEVICE

Patent number: JP56136635
Publication date: 1981-10-26
Inventor: UEDA RIYOUJI; WADA NOBUHIKO; OOYA HIROO
Applicant: SHINGIJUTSU KAIHATSU JIGYODAN
Classification:
- international: B01J2/00; B01J19/08; B22F1/00; B22F9/12
- european:
Application number: JP19800040143 19800329
Priority number(s): JP19800040143 19800329

Abstract of JP56136635

PURPOSE: To produce ultra-fine particles of $\leq 1,000$ Angstrom by heating and evaporating metal oxide and carbide, semiconductor material by plasma arc discharging in an inert gas atmosphere thereby making ultra-fine particles. **CONSTITUTION:** Metal oxide or carbide or semiconductor material M is placed on the tray in a vapor generating chamber 1, and the inside of the chamber is evacuated to a vacuum through an exhaust pipe 16, thence the valve 9" of a gas supply pipe 9' in the lower part is opened to introduce an inert gas such as helium into the chamber. Thence, when an upper annular electrode body 6 and a middle annular electrode 5 are connected by way of a high-voltage power source 12, plasma arc discharge takes place, and the vapor of the intended material generates from the material M. The high-temp. helium plasma containing this is ejected through an ejection port J into a cohering cylinder 2. In the cohering cylinder 2, the vapor is cooled and forms fine particles which deposit on the surface of a cooling and capturing device 15.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

BEST AVAILABLE COPY

⑯ 日本国特許庁 (JP) ⑯ 特許出願公開
 ⑯ 公開特許公報 (A) 昭56-136635

⑤Int. Cl. ³ B 01 J 2/00 B 22 F 9/12 // B 01 J 19/08 B 22 F 1/00	識別記号 6703-4G 6737-4K 6953-4G 6735-4K	⑯ 整理番号 6703-4G 6737-4K 6953-4G 6735-4K	⑯ 公開 昭和56年(1981)10月26日 発明の数 2 審査請求 未請求
--	--	--	--

(全4頁)

⑤アーカーブラズマスパッタリングを利用した超微粒粉の製造法とその装置

⑥特 願 昭55-40143

⑦出 願 昭55(1980)3月29日

特許法第30条第1項適用 1979年10月2日～
5日日本物理学会秋の分科会において発表

⑧発明者 上田良二
名古屋市瑞穂区弥富町円山33

⑨発明者 和田伸彦
名古屋市千種区向陽町1-23

⑩発明者 大矢弘男
名古屋市南区道徳北町1-3

⑪出願人 新技術開発事業団
東京都千代田区永田町2丁目5番2号

⑫代理人 弁理士 池谷欽一

明細書

1.発明の名称

アーカーブラズマスパッタリングを利用した超微粒粉の製造法とその装置

2.特許請求の範囲

(1) 金属酸化物及び炭化物並びに半導体物質で高融点の超硬物質を不活性ガス雰囲気中で、且つ、該結晶所とは分離した箇所において、上記物質をアーカーブラズマスパッタリングし、その高融点蒸気を生せしめ、高融アーチマ状態のこれら蒸気を放電用の隙間をかねるノズルより別室の該結晶所に噴出させて超微粒粉を生成せしめることを特徴とするアーカーブラズマスパッタリングを利用した超微粒粉の製造法。

(2) 該結晶用容器下方の該処理物の該結晶所とは分離した箇所に該処理物の該装置を設け、これを隔壁として上方適宜位置の隙間より放電を生せしめることにし、隔壁中央に設けた噴出

口より該物質のアーカーブラズマを上方の該結晶所中に噴出せしめることにより生成した超微粒粉を同容器上部に設けた付属捕集器により適宜採取し得るようとしたことを特徴とするアーカーブラズマスパッタリングを利用した超微粒粉の製造装置。

3.発明の詳細な説明

本発明は、金属、金属酸化物及び炭化物、塗化物並びに半導体で、高融点、超硬物質をアーチマ放電により高融蒸気とし、これを不活性ガス中に噴出せしめて、上記物質を1000Å以下の超微粒粉とすることを目的とする方法及び装置に関するものである。

上記高融点超硬物質、例えばW、Ta、Mo、
~~TaC~~、~~TaC~~、~~TiC~~、~~NbC~~、~~B4C~~、
~~BN~~等の1000Å以下の粉体(超微粒粉)は、各々の焼結用原料として、すぐれた特性を期待されている。そして、これらの超微粒粉は、磁性材料、粉末冶金材料、化学触媒、光及び電磁波吸収体。

半導体材料等の固体物性材料において種々の優れたり性質を示すことが知られているが、その実現には、純粹で完全な性質を有し、且つ、その表面がきわめて清浄なものが要求され、しかも、これら合金の粗微粉を多量に、容易に得ることが必要であり、要求されるところである。

従来行われているこれら物質の粉体の製法には、主として化学的方法がとられており、1000Å以下のものを得ることは、きわめて少ない。

また、希ガス中で種々の物質を加熱蒸発せしめて、その蒸気を希ガス中で凝結させて、粗微粉を得る方法(以下これをガス蒸発法という)によつて種々の金属粗微粉を得ることは、従来本発明者等により行われている(例えば特公昭47-2718号公報等参照)。

なお、電気抵抗体、プラズマジェット(特公昭49-1717号公報等参照)、インダクション赤外レーザー光線等を用いたものも本発明者等によって発明されている。

本発明は、物質蒸気の発生に、物質を負担とする

るプラズマアーク放電を用いた高圧の物質蒸気発生室より噴出する物質蒸気を、一定圧の不活性ガスの入った緩衝室に導き、そこで、粗微粉の凝結を行つようとしたものである。

なお、詳細に述べれば、この方法は、従来のガス蒸発における加熱法と異なり蒸気発生室と、緩衝の場所とが分離しており、より安全な運転条件と粗微粉の生成条件とを期待できるものである。

即ち、従来のガス蒸発においては、物質の蒸発源は、緩衝用の不活性ガス導出気中におかれてゐるので、加熱された物質表面から直接導出気ガス中へ目的物質蒸気が拡散して凝結する。このような配置においては、導出気ガス中に生ずる対流や圧力の変化がただちに蒸発源の温度あるいは発発度、拡散状態に影響するため、運転の制御並びに安定条件を得ることに困難がある。本発明方法及び装置にあっては、発発源と、ガス導出気とを分離することにより、上述困難をとりのぞき、且つ、プラズマスペッタリングによる大きな蒸発量を得るようとしたものである。

次に本発明の方法とその実施する装置につきその実施例を図面を基照し乍ら説明すると、図面の説明は、最下部の物質蒸気発生室1と、中間部の緩衝筒2、その上方に捕集筒3の3部からなつてゐる。

物質蒸気発生室1は、それぞれ水冷できる鋼製の3個の環状電極体4、5、6によって構成され、各電極体の間には、絶縁体7及び8で密封されている。このうち7の下部の環状絶縁体の内側には、放射状に不活性ガスの噴射ノズル9が開口し、外側からのヘリウム等の不活性ガス供給管10と連結されており、9のバルブで供給量の調節が可能となっている。

最下部の電極体4は、上方を皿状の容器とし、この中に被処理物質が収容できるようになっていて、その外方には、皿底電極10の内側が被覆されている。

上部環状電極体6は、直進電極10の内側に接続され、中間の環状電極体5も④側に数オームの抵抗11を介して接続されている。

中間環状電極体5は、④側との間に高圧電源12を介して接続するようになっており、放電開始の際に一時的に接続される。

本器の中間にある緩衝筒2は、圧力計13の附設している気密容器であつて、その下方の物質蒸気発生室1の蒸気吹出口14の附近の緩衝筒2の下方部外側には、冷却パイプ14、14…が弯曲されている。

本器最上部の捕集筒3の中には、被処理物質を入れた冷却捕集筒15が取り外自在に取付けられている。また、この捕集筒3には、排気パイプ16が取付けられ、適時そのパイプを操作して排気し、物質蒸気発生室1で出来た目的物質を捕集筒2から捕集筒3に導き、ここに取付けた冷却捕集筒15表面に附着捕集せしめるようとしたものである。

次に、本発明の方法及び装置の手順を述べると、まず本装置を密閉してから、上部の排気パイプ16より排気して 10^{-5} Torr の真空中にする。
②次に、下方の物質蒸気発生室に開口した不活性

ガス供給管 9' のバルブ 9" を開き、これからヘリウムガス等の不活性ガスを噴射ノズル 9' より本密閉容器に供給する。

③次に、上方の排気パイプから排気し乍ら、ヘリウムガス等の不活性ガス供給バルブ 9" を調整して、本容器内の圧力計 13 をみながら一定の圧力が出るまで操作する。

④一定圧となったときに、直流電源 10 を接続し、且つ、高圧電源 12 のスイッチを入れて放電を開始させる。

⑤放電が開始されると、物質蒸気発生室 1 上方の皿上に収容された被処理物より、目的の物質蒸気が発生し、これを含んだ高圧のヘリウムプラズマが上部電極 6 のノズル 6' より収集筒 2 の中にへ噴射口 1' を通じて噴出する。

⑥収集筒の不活性ガス中では、該蒸気は、冷却されて、超微粒子となり、容器内のヘリウムガスと混合され、球状のエアロソルになる。

⑦このエアロソルは、上方の排気パイプ 16 の操作による排気によって、採取筒 3 中へ上昇し、

りて、対流により上部の採取筒 3 へエアロソルとして上昇し、この中の冷却兼捕集器 15 の周辺に附着採取されるものである。

実施例

実施例として、本発明の装置により ~~SiC~~ 敗粉末を生成した場合を以下に述べる。

試料は市販の ~~SiC~~ 粉末を適当におしかため、約 800 °C で強度に焼いたものを試料とする。

増進される ~~SiC~~ 粉末の粒度は、収集筒内の圧力と、吹きガスの流量から図 2 図 a のように圧力が大きいほど小さく、流量が大きいほど大きくなる。

超微粉の生成量は、加えた電力に比例し、不活性ガス噴射ノズル 9' より送り込みヘリウムガスの流量にも依存する。

(図 3 図グラフ参照)、流量がある一定値以下では、流量の多いほど収量は大きくなるが、ある一定値を越すと、それ以上は増えない。この上限の値は、加える電力が多いほど多い。

この中に収付けた冷却兼捕集器 15 の表面にふれて超微粒子を折出する。

⑧過時経過後冷却兼捕集器 15 を蓋 17 と共に取出し、ここに折出付着した超微粒子をかき集め超微粉を捕集するものである。

即ち、本発明の物質蒸気発生器の動作原理は、以下のようである。

始め、中部電極 5 と下部電極 4 の間に高圧をかけることによって生じたアーケ放電の芽により直流電源 10 (3 kV ~ 10 kV) による放電が開始され、放電電流が増加するに従って中部電極 5 の電位は、抵抗 11 による電圧降下により、放電は、上部球状電極 6 との間の主放電へと移行する。

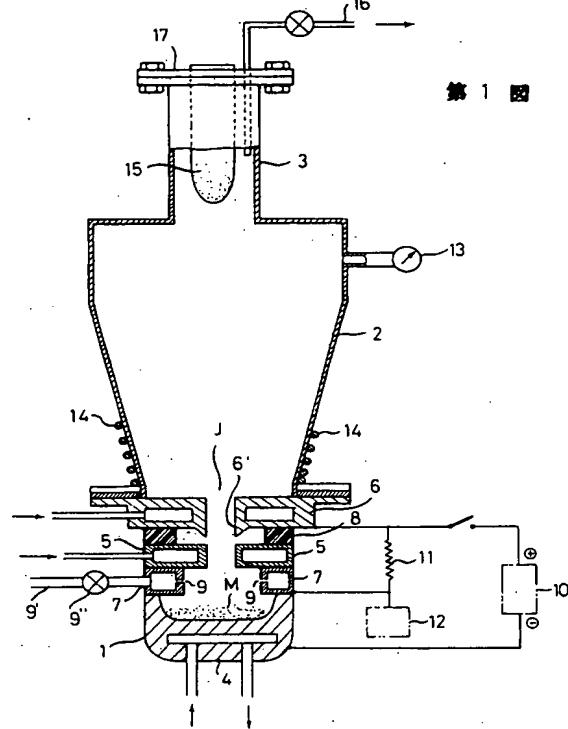
放電が始まると蒸気物質蒸気が発生し、ヘリウムガスばかりでなく、物質蒸気自身も、高圧のプラズマとなり、大きな電流が流れれる。この蒸気のプラズマがヘリウム…のプラズマとともに、上部球状電極 6 の中心ノズル 6' から噴出口 1' を通って収集筒 2 中に吹き出し、凝結して超微粒子を発生し、その後は前述したように上方排気の助をか

4. 図面の簡単な説明

第 1 図は、本発明の 1 実施例の側断面図であり、第 2 図 a は、収集室の圧力と粒度の関係を示すグラフであり、第 2 図 b は、ヘリウムガス流量と粒度の関係を示すグラフである。第 3 図は、不活性ガス流量と、SiC 超微粉生成量の関係を示すグラフである。

1…物質蒸気発生室、2…収集筒、3…採取筒、4…下部球状電極体、5…中部球状電極体、6…上部球状電極体、6'…電極ノズル、7…下部電極体、8…上部電極体、9…不活性ガス噴射ノズル、9'…不活性ガス供給管、9"…不活性ガス供給バルブ、10…直流電源、11…抵抗器、12…高圧電源、13…圧力計、14…冷却バルブ、15…冷却兼捕集器、16…排気バルブ、17…蓋体。

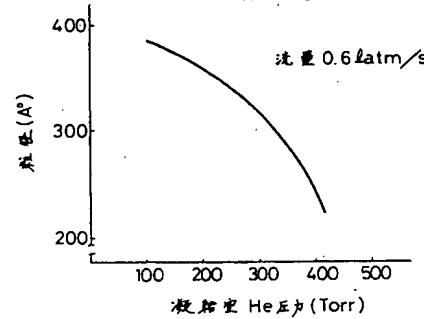
出願人 新技術開発事業団
代理人 伊藤士也 谷 純一
代理士 田中一郎



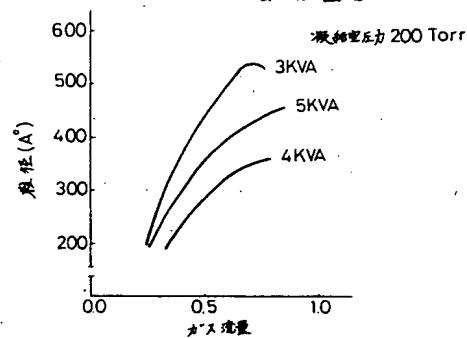
第 1 図

特開昭56-136635 (4)

第 2 図 a



第 2 図 b



第 3 図

